

POWERED BY **Dialog**

Synergistic herbicide compsn. - contains a pyrazole deriv. and 1-(alpha, alpha-dimethyl benzyl)-3-(p-toly)-urea
Patent Assignee: SANKYO CO LTD

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 55035038	A	19800311				198017	B
JP 60214712	B	19851028				198549	
JP 86016247	B	19860428				198621	

Priority Applications (Number Kind Date): JP 78108387 A (19780904); JP 8543500 A (19800303)

Abstract:

JP 55035038 A

The compsn. contains as active component a mixt. of 1-(alpha, alpha-dimethylbenzyl)-3-(p-tolyl)urea (A) and a pyrazole deriv. of formula (I):(where X is H, 4-toluenesulphonyl or -(CH₂)- Y; Y is lower alkoxy, lower alkylthio, lower alkoxycarbonyl, lower fatty acid pr phenyl or benzoyl opt. substd. by 1-3 lower alkyl gps., halogen atoms or NO₂ gps.).

(I) is new excluding 1, 3-dimethyl-4-(2,4-di-chlorobenzoyl)-5-hydroxy-pyrazole and 1,3-dimethyl-4-(2,4-dichlorobenzoyl)-5-p-toluenesulphonylpyrazole-. It is prepd. by alkylating cpd. (1):

(A) shows the high effect against annual gramineous weeds and perennial weeds at the initial growth stage, but does not shows satisfactory effect at the developed growth stage of weeds.

Further, it does not show sufficient effect against barnyard grass and broad leaf weeds. (I) is effective against annual gramineous weeds, broad leaf weeds and perennial weeds such as flatsedge and arrowhead without adversely affecting rice, but does not show satisfactory effect at the developed growth stage of weeds. The herbicidal spectrum is extended by mixing (A) with (I). Further the use period can be extended without damage to paddy rice. The mixt. shows the sufficient effect in small amts. and shows long-lasting effect.

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 2512033



OK

(9)

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—35038

⑤ Int. Cl.³

A 01 N 47/30

// (A 01 N 47/30

43/56)

識別記号

庁内整理番号

7142—4H

⑬ 公開 昭和55年(1980)3月11日

発明の数 1

審査請求 未請求

6347—4H

(全 9 頁)

⑭ 抑草性組成物

⑮ 特 願 昭53—108387

⑯ 出 願 昭53(1978)9月4日

⑰ 発 明 者 此常卓男

東京都品川区広町1丁目2番58

号三共株式会社農業研究所内

⑱ 発 明 者 川久保克彦

滋賀県野洲郡野洲町大字野洲10

41三共株式会社農業研究所内

⑲ 発 明 者 本間豊邦

滋賀県野洲郡野洲町大字野洲10

41三共株式会社農業研究所内

⑳ 出 願 人 三共株式会社

東京都中央区日本橋本町3丁目

1番地の6

㉑ 代 理 人 弁理士 檜出庄治

明 細 書

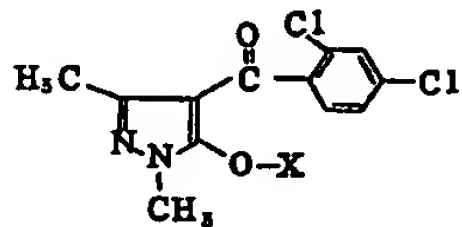
1. 発明の名称

抑草性組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 1-(α,α -ジメチルベンジル)-3-(p -トリル)ウレア と、

一般式



(式中、Xは水素原子、4-トルエンスルホニル基、または基 $-(CH_2)_n-Y$ (Yは低級アルコキシ基、低級アルキルチオ基、低級アルコキシカルボニル基、低級脂肪族アシル基または1個ないし3個の低級アルキル、ハロゲンもしくはニトロで置換されていてもよいフェニル基もしくはベンゾイル基を示し、nは1または2である)を示す。)

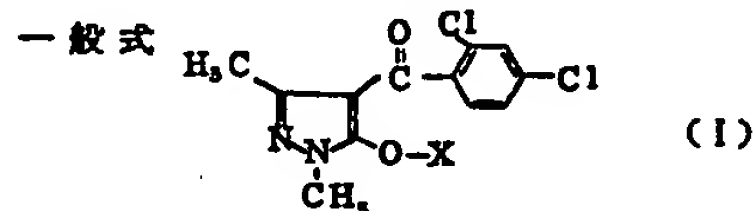
で表わされるピラゾール誘導体とを混合してなることを特徴とする除草剤。

(2) ピラゾール誘導体が1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾールまたは4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチルピラゾール-5-イル-4-トルエンスルホネートである特許請求の範囲第1項に記載の除草剤。

(3) ピラゾール誘導体が4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-フェナシロキシピラゾールまたは4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-(4-メチルフエナシロキシ)ピラゾールである特許請求の範囲第1項に記載の除草剤。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、1-(α,α -ジメチルベンジル)-3-(p -トリル)ウレア と、



(1)

-261-

(2)

(式中、Xは水素原子、4-トルエンスルホニル基、または基 $-(CH_2)_nY$ (Yは低級アルコキシ基、低級アルキルチオ基、低級アルコキシカルボニル基、低級脂肪族アシル基または1個ないし3個の低級アルキル、ハロゲンもしくはニトロで置換されていてもよいフェニル基もしくはベンゾイル基を示し、nは1または2である)を示す。)

で表わされるピラゾール誘導体とを配合して各々の単剤施用では期待できぬ程著しい相乗効果をもたらす、低施用量で多くの種類の問題雑草を枯殺できることを特徴とする混合除草剤に関するものである。

現在、水田用除草剤として数多くの除草剤が実用化されており、単剤および混合剤として広く一般に使用されている。しかしながら、水田雑草は多種類におよび一年生雑草に有効な除草剤は数多いが多年生雑草に効果のある除草剤はほとんどない。そのために多年生雑草が増加し、その防除が切望されている。

(3)

除草剤が、得られることを知り、本発明を完成した。

すなわち、本発明は、水田用除草剤として公知の 1-(α,α -ジメチルベンジル)-3-(p-トリル)ウレア(以下(A)と略す)と、特開昭50-126830号公報に一部記載のあるピラゾール系化合物との混合剤である。

本発明をさらに詳細に説明すると、本除草組成物の成分の一つである(A)は、1年生カヤツリグサ科雑草及び、ミズガヤツリ、ホタルイ等の多年生カヤツリグサ科雑草に対して生育初期処理で効果が高いが生育が進むと効果が弱くなる。また、ノビエ及び広葉雑草に対する効果は不十分である。

一方、ピラゾール系化合物は、水田においては水稻に薬害を及ぼすことなく、1年生イネ科雑草、広葉雑草およびミズガヤツリ、オモダカ、ウリカワ等の多年生雑草に対しても効果を有する。しかし雑草がある程度大きくなった時期に薬剤処理すると、その効果は低下し、特にノビ

(5)

多年生雑草は、一般に成長が旺盛で発生期間が長く強害草の一種でもある。したがって除草剤としては、多くの種類の雑草を枯殺できる殺草スペクトルの広い性質が望まれる。

また、最近の水稻栽培は機械化の導入、移植時期の早期化が急速に広まり、従来以上に雑草発生に好適な場を与えており、一回の除草剤施用では完全な雑草防除を期待することができない傾向にある。このため同一もしくは相異なる除草剤が数回にわたってくり返し使用されているが、このような除草剤のくり返し使用は、多大の労力を要するばかりでなく、多量施用による水稻薬害や土壌残留等好ましくならざる問題を提起している。

本発明者らは、従来の除草剤のこれらの問題点を改良する目的で、一回散布で全雑草を完全に防除し、しかも水稻に対して高度の安全性を有し、人畜毒性のきわめて低い安全な除草剤の検索を続けた結果、2種の有効成分を配合することによってこれらの問題点を改良した優れた

(4)

エに対する効果は不十分になる。

しかし、両者を混合施用して、その除草効果、薬害等について検討した結果、驚くべきことに各単剤で得られていた適用範囲を越えて、殺草幅が拡大され、その殺草幅は、イネ科、カヤツリグサ科、一般広葉雑草およびホタルイ、ミズガヤツリ、ウリカワ等の多年生雑草一般にまでおよび、さらには水稻に対する安全性をそこなうことなく、その散布適期幅を拡大できるという効果が判明した。また、本除草剤は単剤使用薬量よりはるかに低薬量同志の混合で充分その効果を発揮し、一回処理剤として充分な程に殺草効力の増大が計られ、その効力持続性は長期に及ぶ。

本発明の除草剤において、一方の有効成分として用いられる前記一般式(I)を有する化合物を例示すれば次のとおりである(なお、化合物番号は以下の記載において参照される。

(1) 1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロペ

- ンゾイル) - 5 - ヒドロキシピラゾール
- (2) 1,3 - ジメチル - 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 5 - p - トルエンスルホニルオキシピラゾール
- (3) 5 - ベンジルオキシ - 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル - 1,3 - ジメチルピラゾール
- (4) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (2,4 - ジニトロベンジルオキシ) ピラゾール
- (5) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (4 - クロロベンジルオキシ) ピラゾール
- (6) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (4 - メチルベンジルオキシ) ピラゾール
- (7) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (4 - ニトロベンジルオキシ) ピラゾール
- (8) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 5 - メトキシメトキシ - 1,3 - ジメチルピラゾール

(7)

- ジメチル - 5 - フェナシルオキシピラゾール
- (16) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (3 - ニトロフェナシルオキシ) ピラゾール
- (17) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (4 - メチルフェナシルオキシ) ピラゾール
- (18) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 5 - (3,5 - ジクロロフェナシルオキシ) - 1,3 - ジメチルピラゾール
- (19) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 5 - (3,5 - ジクロロ - 4 - メチルフェナシルオキシ) - 1,3 - ジメチルピラゾール
- (20) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 5 - (3,5 - ジクロロ - 4 - メトキシフェナシルオキシ) - 1,3 - ジメチルピラゾール

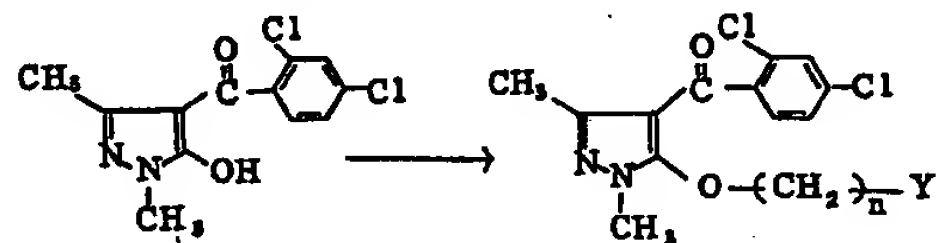
本発明の除草剤の一方の有効成分である前記 (1) 式の化合物は、化合物 (1) および (2) を除

(9)

- ル
- (9) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - メチルチオメトキシピラゾール
- (10) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (2 - オキソプロピルオキシ) ピラゾール
- (11) 5 - n - プロチルチオメトキシ - 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチルピラゾール
- (12) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - エトキシカルボニルメトキシピラゾール
- (13) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - (2 - エトキシカルボニルエトキシ) ピラゾール
- (14) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3 - ジメチル - 5 - n - プロピルオキシカルボニルメトキシピラゾール
- (15) 4 - (2,4 - ジクロロベンゾイル) - 1,3

(8)

きいずれも文献未載の新規化合物であって、たとえば、次の反応式で示すように、化合物 (1) を、基 $-(CH_2)_nY$ に対応する置換アルキル化剤で置換アルキル化することにより容易に製造することができる。



(上記式中、Yおよびnは前記したものと同一である。)

基 $-(CH_2)_nY$ に対応する置換アルキル化剤としては、たとえば、塩化物、臭化物もしくは炭化物等のハライド、またはエポキシドもしくは多重結合化合物等、アルキル化剤として知られる種々のものが使用されうるが、ハライドが特に好適に使用される。

上記式であらわされる反応は、好適には溶媒の存在下におこなわれ、そのような溶媒としては本反応に関与しないものであれば特に限定は

(10)

なく、たとえば、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、ジクロルメタン、クロロホルム、四塩化炭素、トリクロルエタン等のハロゲン化炭化水素類、アセトン、イソブチルメチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸アミル等のエステル類、およびアセトニトリル等、およびこれらの混合溶媒があげられるが、芳香族炭化水素類およびエーテル類が好適に使用される。置換アルキル化剤としてハライドを使用するときは、脱酸剤を使用することが好ましく、そのような脱酸剤としては、たとえば炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、重炭酸ナトリウムのような無機塩基、トリエチルアミン、ピリジン、N,N-ジエチルアニリン等の有機塩基があげられる。

反応温度は特に限定なく、室温ないし溶媒の還流温度で行なわれる。反応時間は、反応剤、反応温度により異なり、通常30分ないし24時間である。

(11)

製造例 2.

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール 1.425g, ベンゼン 15 ml, トリエチルアミン 0.505g, およびフェナシルブロマイド 0.995gの混合物を攪拌下, 1時間加熱還流する。冷後, 水を加えて塩を分離し, 5%重炭酸ナトリウム水溶液, 次いで水で洗浄し, 無水硫酸ナトリウムで乾燥後, 溶媒を留去すると1.75gの油状物が得られる。これをカラムクロマトグラフィー(シリカゲル; ベンゼン: 酢酸エチル=6:1で溶出)で分離して1.2g(収率: 59.6%)の4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-フェナシルオキシピラゾールが得られる。m.p. 109.5~110.5℃(n-ヘキサンより再結)。

製造例 3.

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール 10gに, アセトニトリル 70 ml, 炭酸カリウム(無水)

(13)

反応終了後, 目的物は常法に従って単離され, 必要に応じて, カラムクロマトグラフィー, 再結晶等の方法で精製される。

本発明の有効成分である式(I)の化合物の製造法を次の製造例によって説明する。

製造例 1.

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール 1.425g, ベンゼン 15 ml, トリエチルアミン 0.505g, およびp-メチルベンジルブロマイド 0.925gの混合物を攪拌下, 1時間加熱還流する。冷後, 水, ついで5%重炭酸ナトリウム水溶液で洗浄し, 乾燥して, 溶媒を留去すると, 1.73gの粗結晶が得られる。このものをエタノールから再結晶して, 1.45g(収率: 74.6%)の4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-(4-メチルベンジルオキシ)ピラゾールが得られる。m.p. 90~91℃。

(12)

4.85gを加えて, 室温にて2時間攪拌し, フェナシルブロマイド 7.7gをアセトニトリル 10 mlにとかした溶液を加えて攪拌下, 1時間還流する。塩を除去し, 母液を濃縮してベンゼンを加え, 希重炭酸ナトリウム水溶液, ついで水で洗浄する。無水硫酸ナトリウムで乾燥し, 溶媒を留去して得られた残渣にn-ヘキサンを加えて結晶化し, 母液を取ると, 12.88g(収率: 91.2%)の4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-フェナシルオキシピラゾールが得られる。m.p. 109.5~110.5℃(n-ヘキサンより再結)。

製造例 4.

4-(2,4-ジクロルベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-ヒドロキシピラゾール 2.85gにアセトニトリル 20 mlと炭酸カリウム(無水) 1.38gを加えて, 室温にて2時間攪拌し, 次にクロルメチルメチルスルフィド 0.965gを加えて1時間還流する。冷後, 塩を除去し, 母液

(14)

は減圧下に留去して3.0gの油状物が得られる。
これをカラムクロマトグラフィー（シリカゲル
；ベンゼン：アセトン＝10：1で溶出）で精製
して、2.48g（収率：72%）の4-（2,4-ジ
クロロベンゾイル）-1,3-ジメチル-5-メ
チルチオメトキシピラゾールを油状物として得
る。 n_D^{20} 1.5895。

上記製造例1ないし4の方法に準じて次の化
合物が製造される。

5-ベンジルオキシ-4-（2,4-ジクロロ
ベンゾイル）-1,3-ジメチルピラゾール

n_D^{20} 1.5976

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-1,3-
ジメチル-5-（2-オキソプロピルオキシ）
ピラゾール

$\nu_{C=O}$; 1740 cm^{-1} , 1640 cm^{-1}

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-1,3-
ジメチル-5-（4-クロロベンジルオキシ）

(15)

-1,3-ジメチルピラゾール

m.p. 124 ~ 125 °C

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-5-（
3,5-ジクロロ-4-メトキシフェニルオキシ）
-1,3-ジメチルピラゾール

m.p. 135 ~ 136 °C

本発明に示された混合剤は、文献未記載の新
規な組合せであり、もちろんその特異な効力増
強を言及した文献もない。本発明に関する相乗作
用は広い範囲の混合比で認められ、化合物(A)
1重量部に対して一般式(1)で示される化合物
を0.1 ~ 10重量部の割合で混合して、有用な
除草剤を作成することができる。

このようにして完成された本発明除草剤は、雑
草の発芽前および発芽後に処理しても効果を有
し、土壌処理、茎葉散布処理でも高い効果が得
られる。適用場面としては水稲用はもちろんの
こと、各種穀類、マメ類、ワタ、そ菜類、果樹
園、芝生、牧草地、茶園、桑園、森林地、非農
耕地等で有用である。

(17)

ピラゾール

m.p. 138 ~ 139 °C

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-1,3-
ジメチル-5-（4-ニトロベンジルオキシ）
ピラゾール

m.p. 146 ~ 147 °C

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-1,3-
ジメチル-5-エトキシカルボニルメトキシピ
ラゾール

$\nu_{C=O}$; 1760 cm^{-1} , 1650 cm^{-1}

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-1,3-
ジメチル-5-（2-エトキシカルボニルエト
キシ）ピラゾール

n_D^{20} 1.5475

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-1,3-
ジメチル-5-（4-メチルフェニルオキシ）
ピラゾール

n_D^{20} 1.5945

4-（2,4-ジクロロベンゾイル）-5-（
3,5-ジクロロ-4-メチルフェニルオキシ）

(16)

本発明混合剤は、原体そのものを散布しても
よいし、担体および必要に応じて他の補助剤と
混合して、除草剤として通常用いられる製剤形
態、たとえば粉剤、粗粉剤、微粒剤、粒剤、水
和剤、乳剤、水溶液剤、水溶剤、油懸濁剤等に
調整されて使用される。

本発明除草剤を調整するのに使用する適当な
固体担体としては、カオリナイト群、モンモリ
ロナイト群あるいはアタパルジャイト群等で代
表されるクレー類、タルク、雲母、葉ロウ石、
軽石、パーミユキライト、石こう、炭酸カルシ
ウム、ドロマイト、けいそう土、マグネシウム
石灰、りん灰石、ゼオライト、無水ケイ酸、合
成ケイ酸カルシウム等の無機物質、大豆粉、タ
バコ粉、クルミ粉、小麦粉、木粉、でんぷん、
結晶セルロース等の植物性有機物質、クマロン
樹脂、石油樹脂、アルキド樹脂、ポリ塩化ビニ
ル、ポリアルキレングリコール、ケトン樹脂、
エステルガム、コーパルガム、ダンマルガム等
の合成または天然の高分子化合物、カルナバロ

(18)

ウ、密ロウ等のワックス類、あるいは尿素等があげられる。

適当な液体担体としては、ケロシン、鉱油、スピンドル油、ホワイトオイル等のパラフィン系もしくはナフテン系炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、クメン、メチルナフタリン等の芳香族炭化水素、四塩化炭素、クロロホルム、トリクロルエチレン、モノクロルベンゼン、O-クロルトルエン等の塩素化炭化水素、ジオキサン、テトラヒドロフランのようなエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサノン、アセトフェノン、イソホロン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸アミル、エチレングリコールアセテート、ジエチレングリコールアセテート、マレイン酸ジブチル、コハク酸ジエチル等のエステル類、メタノール、ユ-ヘキサノール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール等のアルコール類、エチレングリコールエチル

(19)

キシドを重合付加させたもの、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸等の高級脂肪酸にエチレンオキシドを重合付加させたもの、ステアリン酸、ジラウリル酸等のモノもしくはジアルキルりん酸にエチレンオキシドを重合付加させたもの、ドデシルアミン、ステアリン酸アミド等のアミンにエチレンオキシドを重合付加させたもの、ソルビタン等の多価アルコールの高級脂肪酸エステルおよびそれにエチレンオキシドを重合付加させたもの、エチレンオキシドとプロピレンオキシドを重合付加させたもの等があげられる。適当な陰イオン性界面活性剤としては、たとえば、ラウリル硫酸ナトリウム、オレイルアルコール硫酸エステルアミン塩等のアルキル硫酸エステル塩、スルホコハク酸ジオクチルエステルナトリウム、2-エチルヘキセンスルホン酸ナトリウム等のアルキルスルホン酸塩、イソプロピルナフタレンスルホン酸ナトリウム、メチレンビスナフタレンスルホン酸ナトリウム、リグニンスルホン酸ナトリウム、

(21)

エーテル、エチレングリコールフェニルエーテル、ジエチレングリコールエチルエーテル、ジエチレングリコールブチルエーテル等のエーテルアルコール類、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の極性溶媒あるいは水等があげられる。

乳化、分散、湿潤、拡張、結合、崩壊性調節、有効成分安定化、流動性改良、防錆等の目的で使用される界面活性剤は、非イオン性、陰イオン性、陽イオン性および両性イオン性のいずれのものをも使用しうるが、通常は非イオン性および(または)陰イオン性のものが使用される。適当な非イオン性界面活性剤としては、たとえば、ラウリルアルコール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール等の高級アルコールにエチレンオキシドを重合付加させたもの、イソオクチルフェノール、ノニルフェノール等のアルキルフェノールにエチレンオキシドを重合付加させたもの、ブチルナフトール、オクチルナフトール等のアルキルナフトールにエチレンオ

(20)

ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム等のアリールスルホン酸塩等があげられる。

さらに本発明の除草剤には製剤の性状を改善し、生物効果を高める目的で、カゼイン、ゼラチン、アルブミン、ニカワ、アルギン酸ソーダ、カルボキシメチルセルロース、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリビニルアルコール等の高分子化合物や他の補助剤を併用することもできる。

上記の担体および種々の補助剤は製剤の剤型、適用場面等を考慮して、目的に応じてそれぞれ単独にあるいは組合わせて適宜使用される。

粉剤は、たとえば有効成分化合物を通常1ないし25重量部含有し、残部は固体担体である。

水和剤は、たとえば有効成分化合物を通常25ないし90重量部含有し、残部は固体担体、分散湿潤剤であって、必要に応じて保護コロイド剤、チキソトロピー剤、消泡剤等が加えられる。

粒剤は、たとえば有効成分化合物を通常1ないし35重量部含有し、残部は大部分が固体担

(22)

体である。有効成分化合物は固体担体と均一に混合されているか、あるいは固体担体の表面に均一に固着もしくは吸着されており、粒の径は約0.2ないし1.5mm程度である。

乳剤は、たとえば有効成分化合物を通常5ないし30重量部含有しており、これに約5ないし20重量部の乳化剤が含まれ、残部は液体担体であり、必要に応じて防錆剤が加えられる。

以下に本除草剤の配合例を示す。

配合例1

化合物(1) 20重量部、化合物(A) 20重量部、ドデシルベンゼンスルホン酸塩2.5重量部、リグニンスルホン酸塩2.5重量部および珪藻土55重量部をよく粉碎混合して水和剤を得る。

配合例2

化合物(3) 15重量部、化合物(A) 5重量部、乳化剤ソルポールSM 100（東邦化学登録商標名）15重量部およびキシレン65重量部をよく混合して乳剤を得る。

(23)

次に本発明の有用性をさらに具体的に示すために試験例をあげて説明する。

試験例1

内径8cmのポリエチレン製ポットに水田土壌を充填し、水田状態でホタルイを育成し、ホタルイの1葉期に水和剤に製剤した各所定量の薬剤を湛水土壌処理した。ポットは25～30℃の温室内に置いて管理育成し、処理後30日目に残存しているホタルイの地上部生重を測定し、対無処理区を算出した。

試験化合物としては、化合物(2)と化合物(A)との組合せ、化合物(15)と化合物(A)との組合せ、および化合物(17)と化合物(A)との組合せを用い、その結果を第1表に示す。

(25)

配合例3

化合物(2) 5重量部、化合物(A) 3重量部、ホワイトカーボン3重量部、リグニンスルホン酸塩5重量部およびクレー84重量部をよく粉碎混合し、水を加えてよく練り合わせた後、造粒乾燥して粒剤を得る。

配合例4

化合物(17) 1重量部、化合物(A) 3重量部、リン酸イソプロピル1重量部、クレー65重量部およびタルク30重量部をよく粉碎混合して粉剤を得る。

配合例5

ペントナイト40重量部、リグニンスルホン酸塩5重量部およびクレー55重量部を粉碎混合し、加水、混練後造粒乾燥し、活性成分を含まない粒状物を作る。この粒状物95重量部に化合物(15)を1重量部、化合物(A)を4重量部含浸させて粒剤を得る。

(24)

第 1 表

化合物(A) 施用量 化合物名 (g/a) および施用量 (g/a)	残草量対無処理区比 (%)							
	0	1.25	2.5	5	10	20	40 ^{g/a}	
化合物(2)	0	(100)	100	78	56	22	8	0
	1.25	100	84	50	28	6	0	0
	2.5	87	57	35	12	0	0	0
	5	75	45	26	4	0	0	0
	10	44	27	18	0	0	0	0
	20	27	11	2	0	0	0	0
	40	8	0	0	0	0	0	0
化合物(15)	2.5	92	60	42	13	2	0	0
	5	78	48	25	8	0	0	0
	10	47	30	16	0	0	0	0
化合物(17)	2.5	90	55	38	16	4	0	0
	5	77	46	28	10	0	0	0
	10	42	32	15	2	0	0	0

(26)

試験例 2

水田土壌 3 匁ずつ充填した $\frac{1}{5000}$ のワグネルポットに水を入れて水田状態にし、このポットにタイヌビエ、ホタルイおよびコナギ、アゼナ、キカシグサ等の広葉雑草 子を播種し、またウリカワ、ミズガヤツリの塊茎を植えつけた。さらに 2.5 葉期の稲苗を移植し、ポットを 20 ~ 25℃ の温室内に置いて植物を育成し、播種後 7 日目、ヒエが 1 葉期の時期に所定量の薬剤を水和剤に製剤し、水に希釈し、ポット当り 10CC 処理した。その後温室内で育成し、薬剤処理後 25 日目に除草効果を調査した。なお、除草効果は抑草率、白化の程度等の観察により、下記のように 0 ~ 10 の数字で表わした。その結果を第 2 表に示した。

抑 草 率	
0 : 0 ~ 9%	6 : 60 ~ 69
1 : 10 ~ 19	7 : 70 ~ 79
2 : 20 ~ 29	8 : 80 ~ 89
3 : 30 ~ 39	9 : 90 ~ 99
4 : 40 ~ 49	10 : 100 (完全枯死)
5 : 50 ~ 59	

(27)

化合物名	施用量 (a.i.g/a)	除 草 効 果				
		ヒ エ	広葉雑草	ホタルイ	ウリカワ	ミズガヤツリ
(15)	3	4	4	4	6	3
(A)	6	3	2	5	0	4
(15)+(A)	3 + 6	10	9	10	8	10
(15)	4	5	5	4	6	4
(A)	4	1	0	3	0	2
(15)+(A)	4 + 4	10	8	10	8	10
(6)	2	2	4	3	3	1
(A)	6	3	2	5	0	4
(6)+(A)	2 + 6	8	9	10	6	8
(12)	2	1	3	2	4	0
(A)	6	3	2	5	0	4
(12)+(A)	2 + 6	8	8	10	6	7
(17)	2	2	4	2	4	1
(A)	6	3	2	5	0	4
(17)+(A)	2 + 6	8	8	10	6	8
(17)	4	5	6	4	6	4
(A)	4	1	0	3	0	2
(17)+(A)	4 + 4	10	8	10	8	10

(29)

第 2 表

化合物名	施用量 (a.i.g/a)	除 草 効 果				
		ヒ エ	広葉雑草	ホタルイ	ウリカワ	ミズガヤツリ
(1)	3	4	5	4	7	4
(A)	4	1	0	4	0	2
(1)+(A)	3 + 4	8	7	10	8	10
(2)	2	2	4	3	4	1
(A)	6	3	2	5	0	4
(2)+(A)	2 + 6	8	8	10	6	8
(2)	1	0	2	0	1	0
(A)	8	4	3	7	0	6
(2)+(A)	1 + 8	8	8	10	4	8
(3)	2	2	4	2	4	1
(A)	6	3	2	5	0	4
(3)+(A)	2 + 6	8	8	10	7	8
(9)	2	2	4	3	3	1
(A)	6	3	2	5	0	4
(9)+(A)	2 + 6	8	8	10	6	8
(10)	1	0	1	0	1	0
(A)	8	4	3	7	0	6
(10)+(A)	1 + 8	7	8	9	4	8

(28)

試験例 3

植床土で減水深 1 ~ 2 cm / 日の条件の水田圃場を使用し、5 月 10 日に 2 ~ 3 葉期の稲苗を移植し、移植後 3 日目または 7 日目に所定量の粒剤化した薬剤を湛水土壌処理した。薬剤処理後 40 日目に枯れずに残った雑草を採取し、乾重を測定して対無処理区比を算出した。イネに対する被害は観察によった。なお試験区は 1 区 6 m² とし、2 連制でおこなった。

その結果を第 3 表に示す。

(30)

第 3 表

施用 時期	化合物名	施用量 (a.l.g/s)	残草量対無処理区比(%)						イネ 被害
			タイソビエ	広葉残草	マツバエ	クリカワ	ミズガヤツリ	ホタルイ	
3日後	(2)+(A)	10+15	0	6	0	6	8	0	なし
	(2)	10	42	57	85	26	>100	78	なし
	(A)	15	28	66	16	>100	32	17	なし
7日後	(2)+(A)	10+15	8	12	0	12	6	0	なし
	(2)	10	95	78	>100	28	>100	>100	なし
	(A)	15	78	86	33	>100	78	63	なし
3日後	(2)	30	0	6	8	0	54	11	なし
	(A)	30	11	52	0	>100	14	2	なし
3日後	対照 CNP	27	0	0	25	>100	91	86	微

(31)

